

Aq. conc. textile softening compsn. - contg. textile softening quat. ammonium cpd., condensate of natural fat and hydroxyethyl- poly:amine and alk(en)yl amine polyglycol ether

Patent Number : EP-188242

International patents classification : C11D-001/83 C11D-003/32 D06M-009/00 D06M-013/46 D06M-015/53

• **Abstract :**

EP-188242 B The compsn. is present as a homogeneous prod. obtd. by mixing a melt contg. (A) the quat. ammonium cpd., (B) the condensation prod. of a natural fat and a hydroxyalkyl-polyamine and (C) an 8-22C alkyl-alkenyl amine polyglycol ether, having dispersant activity, with warm water, with heating and opt. also with standard auxiliaries, perfumes and dyes in textile-softening compsns. and subsequent cooling.

(i) The compsn. contains by wt., 10-40-, esp. 10-18- or 20-35% (A)+(B). The ratio (A):(B) is 10:1 to 1:15. (ii) The compsn. additionally contains: (1) 0.5-5% polyglycol ether, esp. polyethylene glycol, as dispersant, having mol. wt. 200-8000 (200-1000) esp. 400-600, (2) 0.5-5% textile softening fatty acid ester, esp. fatty acid glycerol ester and partic. tri-fatty acid glycerol ester and (3) an organic or inorganic non-surfactant acid.

ADVANTAGE - The compsn. distributes well in water and has good softening activity. (21pp Dwg.No.0/0)

EP-188242 B An aqueous concentrated fabric softener containing fabric-softening quaternary ammonium compounds, a concensation product of a natural fat and a hydroxyalkyl polyamine and a fatty amine polyglycol ether, characterized in that it is in the form of a homogenizate obtained by mixing a melt of a) the quaternary ammonium compound, b) the condensation product of a natural fat and a hydroxyalkyl polyamine, c) a dispersing C8-22-alkyl/alkenyl amine polyglycol ether d) 0.5 to 5% by weight of a dispersing polyglycol ether (polyethylene glycol) having a molecular weight of 200 to 600 and e) fabric-softening alty acid esters, preferably fatty acid glycerol esters and, more particularly, a fatty acid triglycerol ester in quantities of 0.05 to 5% weight, at elevated temperature with warm water and optionally with other auxiliaries, fragrances and dyes typically used in fabric softeners, followed by cooling. (11pp)

US4776965 A The aq. conc. fabric softener comprises (a) 2-12 wt.% of fabric softening quat. ammonium cpd.; (b) 0.3-25 wt.% of condensation prod. of (i) a natural (8-24C) fat with (ii) a hydroxyalkyl polyamine; (c) 10.3-1.8 wt.% of (8-22C) alkyl (or alkenyl) amine polyglycol ether dispersant; (d) 0.5-5 wt.% of polyglycol ether of mol.wt. 200-2000 derived from ethylene oxide; (e) 0.1-4 wt.% of fatty acid ester; and (f) 0.01-3 wt.% of acid to pH 3.5-5. Cpds. (a), (b) and (c) comprises a homogenizate obtd. by mixing their melt formed at 50-80 deg.C with water at that temp., then cooling. 50 wt.% or more of (i) comprises a (16C or more) fatty acid, and (ii) contains 1 or more hydroxyethyl, hydroxypropyl, and/or dihydroxypropyl gp., and 2 or more N-bound H. Polyglycol ether residue contains 2-50 mols of alkylene oxide per mol. of amine.

ADVANTAGE - Has good dispersibility in water. (6pp)

• **Publication data :**

Patent Family : EP-188242 A 19860723 DW1986-30 Ger 21p *
 AP: 1986EP-0100273 19860110 DSR: AT BE CH DE FR GB IT
 LI NL

DE3501521 A 19860724 DW1986-31 AP:

1985DE-3501521 19850118
 JP61167083 A 19860728 DW1986-36 AP: 1986JP-0008801
 19860118
 ES8705544 A 19870716 DW1987-33 AP: 1986ES-0550996
 19860117

US4776965 A 19881011 DW1988-43 AP: 1987US-

0088475 19870819
 EP-188242 B 19910313 DW1991-11 DSR: AT BE CH DE FR
 GB IT LI NL

DE3677998 G 19910418 DW1991-17
 Priority n° : 1985DE-3501521 19850118

Covered countries : 12

Publications count : 7

Cited patents : EP-56695; EP-60003; EP-85933; ES-523600;
 FR2040418 I.Jnl.Ref; A3...8750; No-SR.Pub

Additional words : ALKENYL ALKYL

• **Accession codes :**

Accession N° : 1986-191048 [30]
 Sec. Acc. n° CPI : C1986-082257

• **Derwent codes :**

Manual code : CPI: A05-H01 A08-P A08-
 S01 A12-S05S D11-A01A2 D11-A03A
 D11-A07 D11-B13 D11-B15 E10-A22G
 E10-B01C E10-B02E E10-B03B E10-D03A
 E10-E04G E10-E04J E10-E04K E10-G02G
 E31-K05A F03-C05
 Derwent Classes : A87 D25 E19 F06

• **Update codes :**

Basic update code : 1986-30
 Equiv. update code : 1986-31; 1986-36;
 1987-33; 1988-43; 1991-11; 1991-17

(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

(12) Offenlegungsschrift
(11) DE 3501521 A1

(51) Int. Cl. 4:
D 06 M 13/46
D 06 M 13/40
D 06 M 13/18
D 06 M 13/16
D 06 M 13/20
D 06 M 15/53

(21) Aktenzeichen: P 35 01 521.7
(22) Anmeldetag: 18. 1. 85
(43) Offenlegungstag: 24. 7. 86

neigen

(71) Anmelder:
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

(72) Erfinder:
Nüßlein, Hans, Dr., 4018 Langenfeld, DE; Völkel,
Theodor, 4000 Düsseldorf, DE; Puchta, Rolf, Dr., 5657
Haan, DE

(54) Wässriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel

Wässrige Textilweichmacher-Konzentrate erhält man durch Vermischen einer Schmelze aus
a) einer textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindung,
b) einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyethylpolyamin,
c) einem dispersierend wirkenden C₈-C₂₂-Alkyl-/Alkenylaminopolyglykolether bei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser sowie gegebenenfalls mit sonstigen, in Textilweichmachungsmitteln üblichen Hilfs-, Duft- und Farbstoffen und anschließendem Abkühlen.

DE 3501521 A1

DE 3501521 A1

3501521

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Wässriges, konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin, dadurch gekennzeichnet, daß es als Homogenisat, erhalten durch Vermischen einer Schmelze aus
 - a) der quartären Ammoniumverbindung,
 - b) dem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin und
 - c) einem dispergierend wirkenden C_8-C_{22} -Alkyl-/Alkenylaminpolyglykoletherbei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser sowie gegebenenfalls mit sonstigen, in Textilweichmachungsmitteln üblichen Hilfs-, Duft- und Farbstoffen und anschließendem Abkühlen, vorliegt.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an Wirkstoffen a) und b) von zusammen 10 bis 40 Gew.-% hat und das Verhältnis von a) zu b) im Bereich von 10 : 1 bis 1 : 15 liegt.
3. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von zusammen 10 bis 18 Gew.-% hat.
4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von zusammen 20 bis 35 Gew.-% hat.

...

5. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich 0,5 bis 5 Gew.-% dispergierend wirkende Polyglykolether (Polyethylen-

5 glykol) mit einem Molgewicht von 200 bis 2 000, vorzugsweise von 200 bis 1 000 und insbesondere 400 bis 600 enthält.

6. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich textilweichmachende Fettsäureester, vorzugsweise Fettsäureglycerin-
10 ester und insbesondere einen Trifettsäureglycerin-ester in Mengen von 0,05 bis 5 Gew.-% enthält.

7. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es zusätzlich eine organische oder anorganische, nichttensidische Säure enthält.

15 8. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es
a) 2 bis 12 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen
b) 0,3 bis 25 Gew.-% Kondensationsprodukt
c) 0,3 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether
20 d) 0,5 bis 5 Gew.-% Polyglykolether, (Polyethylen-
glykol)

e) 0,1 bis 4 Gew.-% Fettsäureester
f) 0,01 bis 3 Gew.-% Säure
und im übrigen Wasser und sonstige in Weichma-
25 chungsmitteln übliche Hilfsstoffe wie Konservierungs-
stoffe, Viskositätsregulatoren, Duft- und Farbstoffe
enthält.

9. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es textilweichmachende quartäre Ammoniumverbindungen und Fettsäureester im Gewichts-
30 verhältnis von 40 : 1 bis 100 : 1 enthält.

...

10. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es textilweichmachende quartäre Ammoniumverbindungen und Fettsäureester im Gewichtsverhältnis von 2 : 1 bis 1 : 2 enthält.

5 11. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß es
a) 5 bis 10 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen
b) 1,0 bis 6,5 Gew.-% Kondensationsprodukt
c) 1,0 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether
10 d) 2 bis 3 Gew.-% Polyglykolether
e) 0,1 bis 0,7 Gew.-% Fettsäureester
f) 0,1 bis 2,0 Gew.-% Säure
enthält.

15 12. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß des
a) Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid
b) das Kondensationsprodukt von Rindertalg mit Hydroxyethylethylendiamin
c) das Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an
20 1 Mol Stearylamin
d) Polyglykolether mit einem Molgewicht von 400
e) Tristearinsäureglycerinester
f) Orthophosphorsäure
enthält.

25 13. Verfahren zum Herstellen eines wässrigen konzentrierten Textilweichmachungsmittels mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin,
30 dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten quartäre Ammoniumverbindung, Kondensationsprodukt und Fettaminpolyglykolether, gegebenenfalls zu-

...

4.

sammen mit einem Polyglykolether und einem Fettsäureester bei Temperaturen von 50 bis 70 °C unter Bildung einer homogenen Schmelze miteinander vermischt, diese Schmelze bei erhöhter Temperatur gegebenenfalls unter Verwendung eines Mischaggregates, das starke Scherkräfte entwickelt, mit Wasser, das man auf Temperaturen von bis zu 80 °C erwärmt hat, unter Homogenisierung vermischt, daß man die Mischung dann abkühlt und dabei gegebenenfalls eine Säure und gegebenenfalls einen Viskositätsregulator sowie gegebenenfalls weitere in Weichmachungsmittern übliche Hilfsstoffe zusetzt.

4000 Düsseldorf, 15.01.1985
Henkelstraße 67

Henkel KGaA
ZR-FE/Patente
Dr. Ms/Ne

P a t e n t a n m e l d u n g

D 7199

"Wässriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel"

Die vorliegende Erfindung betrifft ein wässriges konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit besonders guter
5 Verteilbarkeit in Wasser.

Wässrige Textilweichmachungsmittel, die zur Nachbehandlung frisch gewaschener Wäsche in der Regel dem letzten Spülbad des Waschprozesses in einer automatischen Waschmaschine zugegeben werden, enthalten etwa 3 bis
10 etwa 6 % textilweichmachende Wirkstoffe. Hierbei handelt es sich meist um weitgehend wasserunlösliche quartäre Ammoniumverbindungen mit 2 langen Resten im Molekül. Zu den wirksamsten Verbindungen dieses Typs gehört das in großem Umfang eingesetzte Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid. In jüngster Zeit sind außer diesen Textilweichmachungsmitteln mit einem verhältnismäßig niedrigen Wirkstoffgehalt auch sogenannte Konzentrate bekannt geworden, die den Vorteil haben, eine größere Wirkstoffmenge im gleichen Volumen aufzuweisen.
15 Derartige Weichspülerkonzentrate enthalten etwa 10 bis 15 % textilweichmachende Wirkstoffe. Besonders hoch konzentrierte Textilweichmacher enthalten sogar etwa 50 Gew.-% an textilweichmachenden Wirkstoffen. Beispie-

...

le für derart hochkonzentrierte wäßrige Textilweichmachiungsmittel sind die Produkte der DE-OS 33 14 677. Beim Gebrauch werden die Konzentrate entweder auf die übliche Wirkstoffkonzentration von ca. 3 bis ca. 6 % mit Wasser verdünnt, oder es werden entsprechend geringere Mengen der konzentrierten Textilweichmachiungsmittel dem letzten Spülwasser zugesetzt. Sowohl beim Verdünnen der Textilweichmacherkonzentrate als auch beim Einspülen der Konzentrate in das Spülwasser werden an die Verteilbarkeit der Konzentrate im Wasser hohe Ansprüche gestellt. Zur Verbesserung der Verteilbarkeit in Wasser enthalten daher die Textilweichmacherkonzentrate Emulgatoren bzw. Dispergatoren bzw. Hilfsmittel und Viskositätsregulatoren, die unterschiedlichsten Stoffklassen angehören. Im allgemeinen tragen diese Emulgatoren bzw. Dispergatoren bzw. Hilfsstoffe ihrerseits nicht zur Weichmachung der Textilien bei und sind daher als Ballaststoffe anzusehen. Es ist daher immer wieder versucht worden, mit einem Minimum an derartigen nichtweichmachenden Hilfsmitteln in Weichspülmitteln auszukommen.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß in bestimmter Weise zusammengesetzte Weichmachungsmittel, die nahezu oder vollständig frei sind von nichttextilweichmachenden Hilfsmitteln, bei ausgezeichneter weichmachender Wirkung besonders gute Verteilbarkeit in Wasser aufweisen. Diese gute Verteilbarkeit wirkt sich nicht nur bei der Anwendung der Weichmachungsmittel im Wasch- bzw. Nachbehandlungsprozess aus, sondern es wird auch eine besonders einfache Herstellung damit gewährleistet. Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher ein wäßriges, konzentriertes Textilweichmachungsmittel mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt

...

aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin, dadurch gekennzeichnet, daß es als Homogenisat, erhalten durch Vermischen einer Schmelze aus

a) der quartären Ammoniumverbindung,

- 5 b) dem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin und
c) einem dispergierend wirkenden C₈-C₂₂-Alkyl-/Alkenyl-

aminpolyglykolether

bei erhöhter Temperatur mit warmem Wasser und an-

10 schließendem Abkühlen vorliegt.

Als quartäre Ammoniumverbindungen eignen sich vor allem solche mit zwei langkettigen, gesättigten oder ungesättigten aliphatischen Gruppen mit je 14 bis 26, insbesondere im wesentlichen 16 bis 20, Kohlenstoffatomen und

15 wenigstens einem quartären Stickstoffatom im Molekül.

Die langkettigen aliphatischen Gruppen können geradkettig oder verzweigt sein und dementsprechend von Fettsäuren, bzw. von Fettaminen, Guerbetaminen oder aus den durch Reduktion von Nitroparaffinen erhältlichen

20 Alkylaminen abstammen. Die aliphatischen Gruppen können auch Ester-, Ether- oder Amidgruppen enthalten. Geeignete quartäre Ammoniumverbindungen können sich vom Ammoniak ableiten, d. h. man erhält derartige Verbindungen durch Alkylierung von langkettigen sekundären oder

25 tertiären Aminen. Beispiele für derartige Quartärverbindungen sind Distearyldimethylammoniumchlorid bzw. Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid oder -methosulfat, Dioleyldimethylammoniumchlorid oder -methosulfat, Ditalgalkylmethylhydroxyethylammoniumchlorid oder

30 -methosulfat oder Ditalgalkylmethylhydroxypropylammoniumchlorid oder -methosulfat bzw. die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an die genannten Hydroxyalkyl-Dervative. Andere geeignete quartäre Ammoniumverbindungen sind die durch Umsetzung von 1 Mol eines Aminoalkyl-

...

. 8.

ethylendiamins oder Hydroxyalkylethyldiamins mit 2 Mol einer langkettigen C₁₄-C₂₆-Fettsäure oder deren Ester erhältlichen Imidazolinverbindungen, die anschließend durch Alkylierung in die quartären Imidazoliniumverbindungen übergeführt werden. In allen diesen quartären Ammoniumverbindungen besteht das Anion im allgemeinen aus dem Säurerest, der in dem zur Quaternierung verwendeten Alkylierungsmittel enthalten ist. Beispielsweise kommt als Anion daher Chlorid, Bromid, Methylsulfat, Ethylsulfat, Methan-, Ethan- oder Toluolsulfonat in Frage. Gute Resultate werden auch erhalten, wenn die quartären Ammoniumverbindungen Gemische von Imidazolin-Derivaten und von Ammoniak-Derivaten mit je zwei C₁₄-C₂₆-Alkyl- oder Alkenylgruppen darstellen. Ebenfalls gut geeignete quartäre Ammoniumverbindungen sind die quaternierten Veresterungsprodukte von 1 Mol Methyldiethanolamin oder Methyldipropanolamin mit 2 Mol einer C₈-C₂₂-Monocarbonsäure.

Bei den als Bestandteil b) geeigneten Kondensationsprodukten handelt es sich um die aus der DE-AS 19 22 047 bekannten Produkte, die durch Umsetzen eines natürlichen Fetts, d. h. eines Trifettsäureglycerids aus Fettsäuren, die 8 bis 24 Kohlenstoffatome enthalten und zu wenigstens 50 Gew.-% aus solchen mit 16 oder mehr Kohlenstoffatomen pro Fettsäurerest bestehen, mit einem Hydroxyalkylpolyamin, das wenigstens eine Hydroxyethyl-, Hydroxypropyl- oder Dihydroxypropylgruppe und wenigstens 2 an Stickstoff-gebundene Wasserstoffatome besitzt, mit der Maßgabe, daß bei dieser Umsetzung, bezogen auf 1 Mol des Hydroxyalkylpolyamins, für jede darin vorhandene primäre und sekundäre Aminogruppe und jede Hydroxylgruppe 1/3 mol des Trifettsäureglycerids zur Umsetzung gelangt sind, hergestellt werden. Diese Kondensationsprodukte sind

...

Bestandteile einer Wirkstoffkomponente für Wäschenachspülmittel. Der zweite Teil dieser Wirkstoffkomponente besteht aus quartären textilweichmachenden und/oder antimikrobiellen Ammoniumverbindungen. Die Wäschenachspülmittel der DE-AS 19 22 047 mit der genannten Wirkstoffkombination zeichnen sich durch eine hervorragende Kältestabilität aus. Beispiele für die genannten Hydroxyalkylpolyamine sind Hydroxyethylethylendiamin, Dihydroxyethylethylendiamin, Hydroxyethyldiethylentriamin, Hydroxypropyldiethylentriamin. Die im folgenden der Einfachheit halber "Kondensationsprodukte" genannten Verbindungen stellen Gemische verschiedener Verbindungen dar. Außer Monoamiden, Diamid und Diamidester enthalten sie 10 bis 30 Gew.-% Fettsäureteilglyceride (Mono- und Difettsäureglyceride). Die Fettsäurekondensationsprodukte können als Reaktionsnebenprodukt auch Trifettsäureglyceride, freie Fettsäuren, freies Amin und Glycerin enthalten.

Bei den C₈-C₂₂-Alkyl-/Alkenylaminpolyglykolethern (Bestandteil c) der erfindungsgemäßen Weichspülmittel), die im folgenden Fettaminpolyglykolether genannt werden, handelt es sich um Verbindungen, deren Fettalkyl- oder Fettalkenyl-Rest 8 bis 22, vorzugsweise 16 bis 18, Kohlenstoffatome enthält. Die Verbindungen enthalten 1 oder 2 Polyglykoletherreste, die sich von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid ableiten. Die Anzahl der Alkylenoxidgruppen im Molekül beträgt 2 bis 50 und insbesondere 25. Besonders gute Resultate erhält man mit dem Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin.

Die erfindungsgemäßen Mittel enthalten insbesondere 10 bis 40 Gew.-% der Wirkstoffe a) quartäre Ammoniumverbindung und b) Kondensationsprodukt, wobei das Gewichtsver-

...

hältnis von Wirkstoff a) zu Wirkstoff b) innerhalb des Bereichs von 10 : 1 bis 1 : 15 liegt. Für die Herstellung von Weichmacherkonzentraten mit einem Wirkstoffgehalt der Wirkstoffe a) und b) im unteren Konzentrations-
5 Bereich braucht wegen der guten Wasserverteilbarkeit der erfindungsgemäßen Konzentrate das Wasser, mit dem die Wirkstoffschmelze vermischt wird, nur mäßig erwärmt zu werden; im allgemeinen sind zur Homogenisierung von Produkten mit niedrigen Wirkstoffgehalten auch keine
10 Homogenisiergeräte mit besonders hoher Wirksamkeit erforderlich, obwohl die Verwendung derartiger Geräte in der Regel nicht schädlich ist und besonders rasch zu feinteiligen stabilen Produkten führt. Derartige Produkte benötigen keinen oder nur sehr geringe Mengen
15 eines Viskositätsregulators, da die Viskosität dieser Produkte sowohl unmittelbar nach der Herstellung als auch nach längerer Lagerung keine zusätzlichen Maßnahmen oder Additive zur Viskositätsregulierung erfordert. Mittel mit einem Gehalt an den Wirkstoffen a) und b)
20 von insgesamt 10 bis 18 Gew.-% sind daher bevorzugt. Für die Herstellung von ebenfalls bevorzugten höher konzentrierten Weichmachungsmitteln mit einem Gehalt an den Wirkstoffen a) und b) von insgesamt 20 bis 35 Gew.-% ist es zur Erzielung von feinteiligen stabilen
25 Produkten in der Regel erforderlich, das Wasser, mit dem die Wirkstoffschmelze vermischt wird, auf Temperaturen von bis zu etwa 80 °C zu erwärmen und Dispergiergeräte zu verwenden, die mit hohen Scherkräften arbeiten. Außerdem empfiehlt sich, derartigen Konzentraten Viskositätsregulatoren, auf die später noch näher eingegangen wird, zuzusetzen, um die Viskosität während der Herstellung, während der Lagerung und der Verwendung innerhalb eines erwünschten Bereichs einzustellen.
30 Abhängig von der Herstellungsweise und der Verwendung von Viskositätsregulatoren sowie je nach der Konzentra-
35

...

. 11 .

tion der Wirkstoffe erhält man dünnflüssige, dickflüssige oder auch pastöse Wirkstoffkonzentrate, denen gemeinsam ist, daß sie sowohl bei der Herstellung als auch bei der Verwendung in Wasser leicht verteilbar sind und daß sie ihre Viskosität während der Lagerung praktisch nicht oder nur geringfügig verändern. Gießbare Produkte werden zweckmäßigerweise in Flaschen abgefüllt, während pastenförmige oder auch dickflüssige Produkte am besten in Tuben oder in Spendern für pastenförmige Produkte abgefüllt werden.

Die Weichheitsleistung und die Verteilbarkeit in Wasser der erfindungsgemäßen Produkte kann noch gesteigert werden, wenn man den Produkten zusätzlich 0,5 bis 5 Gew.-% dispergierend und weichmachend wirkende Polyglykolether zusetzt. Geeignete Polyglykolether leiten sich von Ethylenoxid ab und haben ein Molgewicht im Bereich von 200 bis 2 000, vorzugsweise im Bereich von 200 bis 1 000, und insbesondere im Bereich 400 bis 600. Eine weitere Steigerung der weichmachenden Leistung der erfindungsgemäßen Produkte läßt sich erzielen, wenn die Produkte einen Gehalt an textilweichmachenden Fettsäureestern aufweisen; geeignete Fettsäureester sind Fettsäureglycerinester, wovon die Trifettsäureglycerinester besonders bevorzugt sind. Die Fettsäureester sind in den erfindungsgemäßen Produkten vorzugsweise in Mengen von 0,05 bis 5 Gew.-% enthalten.

Erfindungsgemäße Produkte mit einem pH-Wert in unverdünntem Zustand von etwa 3,5 bis 5 weisen ein besonders günstiges Viskositätsverhalten auf. Ein pH-Wert innerhalb dieses Bereiches stellt sich entweder durch die Verwendung von Kondensationsprodukten ein, die nach einer Variante der in der DE-AS 19 22 047 beschriebenen

...

- Herstellungsweise unter Verwendung von Säure hergestellt wurden, oder man setzt zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes diese Säure separat zu, falls das Kondensationsprodukt nicht genügend oder gar keine Säure enthält. Geeignete Säuren sind organische oder anorganische, nichttensidische Säuren, die wasserlöslich sind. Beispiele für geeignete Säuren sind Essigsäure, Oxalsäure, Glykolsäure, Milchsäure, Citronensäure, Weinsäure sowie Salzsäure, Schwefelsäure oder Phosphorsäure. Auch Gemische der genannten Säure sind verwendbar. Von den organischen Säuren ist die Glykolsäure bevorzugt, während von den anorganischen Säuren Orthophosphorsäure zur Einstellung des gewünschten pH-Wertes bevorzugt wird.
- Besonders wertvolle Eigenschaften weisen Weichmacherkonzentrate auf, deren Zusammensetzung innerhalb der folgenden Konzentrationsbereiche liegt:
- a) 2 bis 12 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen,
 - b) 0,3 bis 25 Gew.-% Kondensationsprodukt, c) 0,3 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether, d) 0,5 bis 5 Gew.-% Polyglykolether, e) 0,1 bis 4 Gew.-% Fettsäureester, f) 0,01 bis 3 Gew.-% Säure. Weiterhin enthalten die erfindungsgemäßen Mittel Wasser und sonstige in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe, wie z. B. Konservierungsstoffe, Viskositätsregulatoren, Duftstoffe und Farbstoffe. Zur Vermeidung von Verfärbungen der erfindungsgemäßen Produkte, die durch einen Gehalt der verwendeten Rohstoffe an Schwermetallionen verursacht werden könnte, empfiehlt sich der Zusatz von geringen Mengen Schwermetallkomplexbildner.

Als Konservierungsstoffe kommen mikrobizid wirkende Verbindungen infrage. Viskositätsregulatoren sind die wasserlöslichen Alkali- oder Erdalkalimetallsalze von

...

ein- oder mehrwertigen organischen oder anorganischen Säuren. Beispiele für geeignete Viskositätsregulatoren sind Natriumchlorid, Natriumformiat, Natriumacetat, Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Calciumchlorid; 5 besonders wirksame Viskositätsregulatoren sind Magnesiumchlorid und Calciumchlorid.

Die erfindungsgemäßen Weichmacherkonzentrate mit einem Gehalt an textilweichmachenden Fettsäureestern können den Fettsäureester entweder in einem großen Unterschluß gegenüber den textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen oder etwa in gleichen Mengen, wie die textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen enthalten. Erfindungsgemäße Mittel mit einem Gewichtsverhältnis von quartären Ammoniumverbindungen zu 10 Fettsäureestern im Bereich von 40 : 1 bis 100 : 1 sowie im Gewichtsverhältnis im Bereich von 2 : 1 bis 1 : 2 weisen besonders interessante Eigenschaften auf und sind daher bevorzugt. Besonders bevorzugt sind Weichmacherkonzentrate mit einem Gehalt an a) 5 bis 10 15 Gew.-% quartären Ammoniumverbindungen, b) 1,0 bis 6,5 Gew.-% Kondensationsprodukt, c) 1,0 bis 1,8 Gew.-% Fettaminpolyglykolether, d) 2 bis 3 Gew.-% Polyglykolether, e) 0,1 bis 0,7 Gew.-% Fettsäureester, f) 0,1 bis 2,0 Gew.-% Säure. Mittel mit besonders ausgewogenen 20 Eigenschaften enthalten a) als quartäre Ammoniumverbindung Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid, b) ein Kondensationsprodukt aus Rindertalg und Hydroxyethylethylen-diamin, c) ein Anlagerungsprodukt von 25 Mol Ethylen-oxid an 1 Mol Stearylamin, d) einen Polyglykolether mit 25 einem Molekulargewicht von 400, e) Tristearinsäureglycerinester und f) Orthophosphorsäure.

Das Herstellverfahren für die erfindungsgemäßen Produkte hat einen Einfluß auf die Eigenschaften der erfin-

...

dungsgemäß zusammengesetzten Produkte. Ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Produkte ist daher ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung. Das Verfahren zur Herstellung eines wäßrigen konzentrierten Textilweichmachungsmittels mit einem Gehalt an textilweichmachenden quartären Ammoniumverbindungen und einem Kondensationsprodukt aus einem natürlichen Fett und einem Hydroxyalkylpolyamin ist dadurch gekennzeichnet, daß man die Komponenten quartäre Ammoniumverbindung, Kondensationsprodukt und Fettaminpolyglykolether, gegebenenfalls zusammen mit einem Polyglykolether und einem Fettsäureester bei Temperaturen von 50 bis 70°C unter Bildung einer homogenen Schmelze miteinander vermischt, diese Schmelze bei erhöhter Temperatur gegebenenfalls unter Verwendung eines Mischaggregates, das starke Scherkräfte entwickelt, mit Wasser, das man auf Temperaturen von bis zu 80 °C erwärmt hat, unter Homogenisierung vermischt, daß man die Mischung dann abkühlt und dabei gegebenenfalls eine Säure und gegebenenfalls einen Viskositätsregulator sowie gegebenenfalls weitere in Weichmachungsmitteln übliche Hilfsstoffe zusetzt. Die Temperatur der Wirkstoffschmelze ist so zu wählen, daß die Schmelze eine homogene Mischung darstellt. Je nach der Konzentration und den Mengenverhältnissen der Wirkstoffe in der Schmelze erwärmt man das Wasser, mit dem die Schmelze zu einer homogenen Dispersion vermischt werden soll, auf Temperaturen bis zu 80°C. Von Konzentration und Zusammensetzung der Schmelze hängt es auch ab, ob man ein Mischaggregat, das starke Scherkräfte entwickelt, und die Verwendung von Viskositätsregulatoren zur Homogenisierung und zur Einstellung einer gewünschten Viskosität benötigt. Die Säure setzt man der abgekühlten homogenisierten Mischung zu, wobei in der Regel eine Viskositätserniedrigung beobachtet wird.

...

Durch Art und Menge der zugesetzten Säure lässt sich innerhalb eines gewissen Bereichs die Viskosität der homogenisierten Dispersion steuern. Eine zusätzliche Möglichkeit zur Viskositätsregulierung stellt die 5 Verwendung von Viskositätsregulatoren dar. Man verwendet daher Viskositätsregulatoren dann, wenn durch die Herstellung und die eingesetzte Säure eine ausreichende Viskositätsregulierung nicht möglich gewesen ist. Setzt man einen Viskositätsregulator zu, beobachtet man 10 in der Regel bereits nach Zusatz von geringen Mengen Viskositätsregulatoren eine drastische Verringerung der Viskosität, was ein weiterer Vorteil der erfindungsge- mäßen Mittel und des erfindungsgemäßen Verfahrens darstellt. Die Menge der einzusetzenden Säure ist 15 entweder der Menge des verwendeten Fettaminpolyglykol- ethers äquivalent oder es wird ein kleiner Überschuß oder Unterschluß an Säure verwendet. Die Abweichungen von einer äquivalenten Menge liegen in der Regel nicht höher als etwa 20 Mol-%.

...

Beispiele

Die folgenden Beispiele illustrieren die Erfindung, ohne sie hierauf zu beschränken; das für Beispiel 1 beschriebene Verfahren gilt sinngemäß auch für die folgenden Beispiele, in denen der eine oder andere Rohstoff, soweit er nicht zwingend erforderlich ist, im Vergleich zu Beispiel 1 fehlt; dementsprechend fehlt dann auch der Einarbeitungsschritt für den gegenüber Beispiel 1 weggelassenen Rohstoff.

Beispiel 1

- 10 10 Gew.-Teile Ditalgalkyldimethylammoniumchlorid, 1,5 Gew.-Teile eines Kondensationsproduktes (hergestellt, indem man 900 g gehärteten Rindertalg auf 95 °C erwärmt, 114 g N-Hydroxyethylethylendiamin innerhalb von 35 Minuten in den Rindertalg einführt, 4 Stunden bei 100 °C nachröhrt, auf 90 °C abkühlen lässt, 42,6 g 70%ige Glykolsäure hinzugibt und dann noch 30 Minuten bei 90 °C nachröhrt), 1,5 Gew.-Teile eines Anlagerungsprodukts von 25 Mol Ethylenoxid an 1 Mol Stearylamin, 1,0 Gew.-Teil eines Polyethylenglykols mit einem Molegewicht von 400, 0,15 Gew.-Teilen Trifettsäureglycerid (1 Gew.-% C₁₄-, 29 Gew.-% C₁₆-, 70 Gew.-% C₁₈-Fettsäure) wurden in einem temperierbaren Mischbehälter auf 65 °C erhitzt; das Gemisch bildete eine klare dünnflüssige Schmelze. Diese Schmelze wurde in 85 Gew.-Teilen Wasser von 60 °C unter Verwendung eines Intensivmischers (Ystral-Turbine) eingeröhrt. Nach 10 Minuten Rühren bildete der Ansatz eine homogene Paste. Nach Beginn der Kühlung des Behälter-Inhalts wurde mit Orthophosphorsäure unter weiterem Rühren in der Paste ein pH-Wert von 4,5 eingestellt. Beim Erreichen von 48 °C gab man
- ...

Patentanmeldung

D 7199

- 18 -

• 17 •

0,2 Gew.-Teile $MgCl_2 \cdot 6 H_2O$ in Form einer 10-gewichtsprozentigen wässrigen Lösung als Viskositätsregulator zu. Die Viskosität des Ansatzes verringerte sich spontan; sie betrug bei 20 °C 38 mPas. Nach weiterem 5 Abkühlen auf 30 °C (nach 60 Minuten) wurden geringe Mengen Konservierungsmittel, Farbstoff und Duftstoff (Duftnote, frisch/blumig) hinzugeben und vermischt. Nach 40 Minuten betrug die Ansatztemperatur 20 °C und die Viskosität 43 mPas. Diese Viskosität veränderte 10 sich auch nach längerem Lagern nur unwesentlich; das Produkt ließ sich leicht mit Wasser verdünnen.

Behandelte man mit diesem Konzentrat, das man auf eine Konzentration von 0,3 g Wirkstoff pro Liter Wasser verdünnt hatte, Textilien aus Baumwolle, Wolle, synthetischen Fasern und Mischgewebe, so stellte eine Gruppe 15 von 5 in der Beurteilung der Weichheit von Textilien geübten Personen eine ausgezeichnete Weichheit der nach der Behandlung getrockneten Textilien fest. In gleicher Weise, wie in Beispiel 1 beschrieben, wurden die wie 20 folgt zusammengesetzten Weichmacherkonzentrate hergestellt, geprüft und ähnlich gut beurteilt:

...

. 18.

Rohstoff/Beispiel	2	3	4
Ditalgdimethylammoniumchlorid	10	10	10
Kondensationsprodukt	1,0	1,0	2,0
Stearylamin + 25 EO	1,5	1,5	1,5
Polyethylen glykol, MG 400	2,0	1,0	1,0
Trifettsäureglycerid	0,15	0,15	0,15
Ester aus Isononansäure und hydriertem C ₁₆ -C ₁₈ -Fettalkohol	-	-	0,2
Rest wie Beispiel 1			

- 10 Bei dem Trifettsäureglycerid handelt es sich um
denselben Rohstoff wie in Beispiel 1 beschrieben.

Beispiele 5 bis 9

Rohstoff/Beispiel	5	6	7	8	9
Distearyldimethylammonium- chlorid	2	2	2	2	2
Kondensationsprodukt	8,5	11	15	21	25
Stearylamin + 25 EO	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
Polyethylen glykol, MG 400	2,0	1,0	2,0	3,5	5,0
Trifettsäureglycerid	1,5	0,15	0,25	0,4	0,5
Isononansäureester	-	0,5	0,6	0,7	1,0
Rest wie in Beispiel 1					

...

Das Produkt gemäß Beispiel 5 ist eine leichtbewegliche Flüssigkeit, die Produkte der Beispiele 6 und 7 sind dickflüssig bis pastös, das Produkt von Beispiel 9 ist eine Paste. Allen Produkten gemeinsam ist die gute
5 Wasserverteilbarkeit.

Bei dem Trifettsäureglycerid und dem Isononansäureester handelt es sich um dieselben Rohstoffe, wie in Beispiel 1 bzw. Beispiel 4 beschrieben. Verwendete man statt
10 Distearyldimethylammoniumchlorid andere als Textilweichmacher geeignete quartäre Ammoniumverbindungen, erhielt man vergleichbare Ergebnisse. Ebenso erhielt man vergleichbare Ergebnisse, wenn man statt des Kondensationsproduktes auf Basis von gehärtetem Rinder-
talg Kondensationsprodukte auf Basis von gehärtetem
15 Palmöl, Erdnußöl oder deren Mischungen verwendete.

In gleicher Weise wie zuvor beschrieben, lassen sich auch niedriger konzentrierte Textilweichmacher herstellen, die beispielsweise nur etwa 3 bis etwa 8 Gew.-% quartäre Ammoniumverbindungen plus Kondensationsprodukt enthalten; diese Mittel ergeben ohne Zusatz von Viskositätsregulatoren in Wasser leicht
20 verteilbare, dünnflüssige Produkte mit guter Weichmacherwirkung.

...